## This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

## 日本国特許

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

1999年 6月 7日

出 願 番 号 Application Number:

平成11年特許顯第160083号

出 頓 人 Applicant (s):

スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー

EU

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 3月10日

特許庁長官 Commissioner, Patent Office

近 藤 隆



出証番号 出証特2000-3016052

【書類名】

特許願

【整理番号】

993526

【提出日】

平成11年 6月 7日

【あて先】

特許庁長官 伊佐山 建志 殿

【国際特許分類】

C09J 4/00

G11B 7/24

【発明の名称】

接着剤組成物及びそれを用いた光ディスク

【請求項の数】

【発明者】

【住所又は居所】

神奈川県相模原市南橋本3-8-8 住友スリーエム株

式会社内

【氏名】

藤井 さな

【特許出願人】

【識別番号】

599056437

【氏名又は名称】

スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニ

【代理人】

【識別番号】

100077517

【弁理士】

【氏名又は名称】

石田 敬

【電話番号】

03-5470-1900

【選任した代理人】

【識別番号】

100092624

【弁理士】

【氏名又は名称】 鶴田 準一

【選任した代理人】

【識別番号】

100087871

【弁理士】

【氏名又は名称】 福本 積 【選任した代理人】

【識別番号】

100082898

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 雅也

【選任した代理人】

【識別番号】 100081330

【弁理士】

【氏名又は名称】 樋口 外治

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 036135

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 接着剤組成物及びそれを用いた光ディスク

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1)ポリテトラメチレングリコールを骨格として有するウレタンアクリレート、(2)分子内にヒドロキシル基を持つアクリル酸エステル、及び(3)光重合開始剤を含む接着剤組成物であって、上記ウレタンアクリレート(1)と上記アクリル酸エステル(2)の合計の重量を基準として上記ウレタンアクリレート(1)を40重量%以上含むことを特徴とする接着剤組成物。

【請求項2】 前記ウレタンアクリレート(1)が、ポリテトラメチレングリコールの骨格部分のほかに、少なくともテトラメチルキシレンジイソシアネート、ヒドロキシエチルアクリレート、及びエチレングリコールに由来する部分から構成されたオリゴマーである、請求項1記載の接着剤組成物。

【請求項3】 前記アクリル酸エステル(2)が、ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート、ヒドロキシブチルアクリレート、及びヒドロキシフェノキシプロピルアクリレートのうちの1又は2種以上である、請求項1又は2記載の接着剤組成物。

【請求項4】 接着剤で貼り合わせたディスク基板と少なくとも一つの反射 金属膜とを含む光ディスクであって、当該接着剤が請求項1から3までのいずれ か一つに記載の接着剤組成物の硬化により得られたものであることを特徴とする 光ディスク。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ディスク用接着剤組成物に関する。より詳しく言えば、本発明は、DVD(ディジタルビデオディスク又はディジタルバーサタイルディスク)のように、透明基板を貼り合わせ、少なくとも一つの反射金属膜を備えた構造の光記録媒体として使用される光ディスクを製造するのに有用な接着剤組成物に関し、またそれを用いた光ディスクに関する。

[0002]

#### 【従来の技術】

CD (コンパクトディスク)、DVD等の光ディスクは、例えば音楽や映像の記録からコンピュータ関連の記録のような、幅広い分野における記録媒体として盛んに利用されている。このような光ディスクにおいては、ディスク上に記録されたディジタル信号を記録読み取り用の光ヘッドから発した半導体レーザー光の反射強度変化として検出して、記録されたデータの読み取りが行われている。また、これらのディスクには、読み出し専用のもの、記録可能で消去不能のもの、記録と消去の両方が可能なものがある。

#### [0003]

これらの光ディスクは、記録するディジタル信号に対応するピットを形成したポリカーボネートなどの透明基板の表面(信号記録面)に、反射膜としてアルミニウなどの非常に薄い(数十nm)金属薄膜層を蒸着又はスパッタにより形成して製造される。CDの場合には、信号面に更に保護層が設けられる。一方、DVDの場合には、透明基板としてCDの基板の半分の厚さのものを2枚使用し、これらを信号記録面を内側にして貼り合わせた構造を有する。DVDでは、貼り合わせる2枚の基板の片方だけに信号を記録しても、両方の基板に記録してもよい。また、記録した信号を読み取る光ヘッドの対物レンズをフォーカス方向(レーザー光の放射方向)に移動することで、二つの信号記録面の記録信号を片側から読み出すことも可能であることから、DVDでは、1枚の基板に2層の記録層を設けることも可能であることから、DVDでは、1枚の基板に2層の記録層を設けることも可能であり、この場合は読み取り用のレーザー光が最初に入射する1層目の記録面の反射膜は金などの半透明材料で形成される。従って、DVDにおける記録信号の読み取り方式には、片面から1層のみを読み取るもの、両面からそれぞれ1層ずつ読み取るもの、片面から2層を読み取るもの、及び両面からそれぞれ2層ずつ読み取るものがある。

#### [0004]

光ディスク基板の信号面に形成されるアルミニウム等の金属膜は、大気中の酸素や水分の影響を受けてその特性が著しく劣化しやすく、すなわち酸素や水分の影響を受けたアルミニウム膜はディスクの周辺部から次第に腐食されて透明化し、反射特性を喪失してしまうため、従来、熱可塑性樹脂や、アクリレート系樹脂

、エポキシ系樹脂を主成分とした樹脂が、金属膜のための保護コート剤として用いられていた。例えば、特開平2-107630号公報には、そのために用いられるエポキシ系の紫外線硬化型樹脂組成物が記載されており、特開平4-264166号公報にはアクリレート系の組成物が記載されている。このような保護コート剤を使用する場合には、光ディスク基板の信号面に保護コートを形成後に接着剤を塗布し、基板を貼り合わせるため、製造工程が多くなり、煩雑になる。その上、将来ディスクが高記録密度化し、ピットの最狭化を求められた場合に、対応しにくいという問題がある。

#### [0005]

信号面を形成した基板どうしを、このような保護コートなしで直接接着し、アルミニウムの劣化の少ない光ディスクを得るのを可能にする接着剤として、例えば特開昭59-71317号公報、特開昭63-167442号公報、特開平9-31416号公報、特開平10-8018号公報、特開平10-102007号公報、特開平10-67977号公報、特開平10-130602号公報に記載されるものが挙げられる。

#### [0006]

特開昭59-71317号公報に記載された接着剤は、所定の炭化水素系化合物にアクリル基又はメタアクリル基を2個以上を有する化合物を含む光硬化型接着性組成物であり、光ディスクの基板どうしの接着力等を改善し得たものである

#### [0007]

特開昭63-167442号公報に記載された接着剤は、炭化水素系ポリオールを主成分とするポリウレタンからなる組成物であり、その組成物自体を柔軟なものとすることで、光ディスクの基板の変形(そり)に対し、その接着剤を追従して変形可能としたものである。

#### [0008]

特開平9-31416号公報に記載された接着剤は、360~450nmの波 長におけるモノ吸光係数が400以上の光重合開始剤と紫外線硬化性化合物を必 須成分とする光硬化型接着剤組成物である。

#### [0009]

特開平10-8018号公報に記載された接着剤は、波長360nm以下で最大モル吸光係数が5000以上の光重合開始剤と波長360nm以上で最大モル吸光係数が500以上の光重合開始剤を組合せてなる光重合開始剤と、紫外線硬化樹脂を含有する接着剤組成物であり、硬化物が十分な接着力等を有するものである。

#### [0010]

特開平10-102007号公報に記載された接着剤は、少なくとも所定のビスアシルホスフィンオキサイド化合物と所定のアシルホスフィンオキサイド化合物を有する組成物である。

#### [0011]

以上の公開された接着剤は、いずれも、光ディスク基板に直接塗布して、基板 どうしを接着するのに用いることができる点では共通するが、しかし、特には、 金属膜に対する腐食性に関し、対策をとったものではなかった。

#### [0012]

一方、特開平10-67977号公報に記載された接着剤は、原料に非常に高価なフルオレン骨格のアクリレートを用いていること、得られる硬化生成物のガラス転移温度(Tg)が非常に高いために室温では衝撃に弱いこと、などの欠点があった。更に、この公報に記載された接着剤の耐久性評価条件は70℃、50%相対湿度と比較的穏やかであり、時間も96時間と短いため、耐久性評価としては不十分であった。

#### [0013]

また、特開平10-130602号公報に記載された接着剤組成物は、不飽和基含有化合物の混合物(A)、有機過酸化物(B)、硬化促進剤(C)を必須成分とし、そして光重合開始剤(D)を任意成分としている。この接着剤組成物は、80℃、85%相対湿度で100時間放置してもアルミニウム蒸着膜にピンホール等の異常が見られなかったと報告されている。しかし、この場合にも評価時間が100時間と短く、耐久性評価としては不十分である上、この接着剤は、有機過酸化物と硬化促進剤の組み合わせによって硬化速度が左右されやすく、硬化

が速すぎると混合や塗布時に硬化が進行してしまい、硬化が遅いと貼り合わせた 後かなりの時間放置が必要なため、生産性も悪く、接着剤層の厚みも保持できな いなど、使いにくいものであった。

#### [0014]

【発明が解決しようとする課題】

一般に、光ディスクの基板接着用に用いる接着剤には、適度な接着特性、物理的特性(特に透明性、衝撃特性、基板への塗布性)、及び接着時の硬化特性が求められ、且つアルミニウム等の金属膜を形成した記録面に直接適用して使用しても、耐環境試験(耐久性試験)において金属膜に腐食を発生させず、あるいは発生させにくい性質が求められる。具体的には、光ディスクの基板接着用の接着剤には次に掲げる諸特性が要求される。

#### [0015]

#### (1)接着特性

1~100μm、好ましくは50μm程度の硬化膜厚において、光ディスクの 構成材料であるポリカーボネート、アルミニウム、金等の表面に対し所定の接着 力を有すること。

#### (2)衝擊特性

落下試験においてディスク基材どうしのはがれを生じさせないこと。

#### (3)接着硬化特性

光硬化型接着剤にあって、1分以内、好ましくは1~30秒の紫外線照射で基 材を接着できること。

#### (4)透明性

レーザー光 (例えば波長650~780nmの赤色半導体レーザー光) に対して十分な透過性を有すること。

#### (5) 金属膜に対する腐食性

厚さが数十nm (例えば50nm) 程度のアルミニウム膜を腐食しないこと。 特に、80℃、90%相対湿度環境下での耐久性試験において、500時間以上 アルミニウム膜に腐食を発生させないこと。

#### (6) ディスク基板への塗布性

無溶剤で室温において $500\sim1000$  mPa·s、好ましくは $1000\sim500$  mPa·sの粘度を持ち、金属層を備えたディスク基板表面にスピンコート法で直接適用して $1\sim100$   $\mu$  m程度の硬化塗膜を形成できること。

#### [0016]

これらの要求特性を全て満足する光ディスク基板接着用の接着剤は、これまでのところ知られておらず、従来の接着剤は金属膜の腐食性、衝撃特性、接着時の 硬化処理条件等のいずれかの面で問題をかかえていた。

#### [0017]

例えば、上述の特開平10-67977号公報、特開平10-130602号公報に記載された接着剤は、いずれもアルミニウム膜の腐食に関する耐久性試験時間が短く(特開平10-67977号公報の場合、試験条件自体もずっと穏やか)、耐久性評価として不十分である。また、特開平10-67977号公報記載の接着剤は、硬化生成物のガラス転移温度(Tg)が非常に高いために室温での衝撃に弱く、特開平10-130602号公報記載の接着剤は、硬化速度の調節に難がある。

#### [0018]

特に、80℃、90%相対湿度環境下での耐環境試験において、500時間以上にわたりアルミニウム膜に腐食を生じさせない接着剤は、現在市販されている 光ディスク用接着剤のうちに見当たらない。

#### [0019]

このように、反射用金属膜の保護コート層なしに光ディスク基板を直接接着するのに用いられる従来の接着剤は、要求される諸特性の全てを満たすものではなく、特にアルミニウムのような反射用金属膜に対する腐食性に関しては、なお改良の余地が残されている。

#### [0020]

そこで、本発明は、反射用金属膜の保護コート層のない光ディスク基板の直接の接着に有用であって、製品光ディスクの高温高湿条件下での長時間の耐久性試験において金属膜、特にアルミニウム膜の腐食を抑制することが可能な接着剤組成物の提供を目的とするものである。このような接着剤組成物で基板を貼り合わ

せた、高温高湿下での金属膜の腐食の抑制された光ディスクを提供することも、 本発明の目的である。

#### [0021]

#### 【課題を解決するための手段】

本発明の接着剤組成物は、(1)ポリテトラメチレングリコールを骨格として有するウレタンアクリレート、(2)分子内にヒドロキシル基を持つアクリル酸エステル、及び(3)光重合開始剤を含む接着剤組成物であって、上記ウレタンアクリレート(1)と上記アクリル酸エステル(2)の合計の重量を基準として上記ウレタンアクリレート(1)を40重量%以上含むことを特徴とする。

#### [0022]

本発明の光ディスクは、接着剤で貼り合わせたディスク基板と少なくとも一つの反射金属膜とを含む光ディスクであって、当該接着剤が、(1)ポリテトラメチレングリコールを骨格として有するウレタンアクリレート、(2)分子内にヒドロキシル基を持つアクリル酸エステル、及び(3)光重合開始剤を含む接着剤組成物であって、上記ウレタンアクリレート(1)と上記アクリル酸エステル(2)の合計の重量を基準として上記ウレタンアクリレート(1)を40重量%以上含む接着剤組成物の硬化により得られたものであることを特徴とする。

#### [0023]

好ましくは、上記ウレタンアクリレート (1) は、ポリテトラメチレングリコールの骨格部分のほかに、少なくともテトラメチルキシレンジイソシアネート、ヒドロキシエチルアクリレート、及びエチレングリコールに由来する部分から構成されたオリゴマーである。

#### [0024]

やはり好ましくは、上記アクリル酸エステル(2)は、ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート、ヒドロキシブチルアクリレート、 及びヒドロキシフェノキシプロピルアクリレートのうちの1又は2種以上である

#### [0025]

#### 【発明の実施の形態】



本発明の接着剤組成物における主成分は、ポリテトラメチレングリコール骨格を持つウレタンアクリレートである。好ましくは、光ディスク基板の貼り合わせに用いた場合に高温高湿条件下での耐久性試験において反射用金属膜、特にアルミニウム膜の腐食を抑制するのに有用な本発明の接着剤組成物における主成分としてのウレタンアクリレートは、骨格構成成分のポリテトラメチレングリコールのほかに、少なくともテトラメチルキシレンジイソシアネート、ヒドロキシエチルアクリレート、及びエチレングリコール成分から調製されたオリゴマーである。本発明において使用するのに好適なウレタンアクリレートの一例として、ポリテトラメチレングリコール、テトラメチルキシレンジイソシアネート、ヒドロキシエチルアクリレート、及びエチレングリコールの配合モル比が62:15:14:9程度で、重量平均分子量が4000~7000程度のオリゴマーを挙げることができ、このようなウレタンアクリレートオリゴマーは、UVー6100Bの商品名で日本合成化学社より商業的に入手可能である。このウレタンアクリレートオリゴマーは、次の一般式で表すことができる。

[0026]

【化1】

[0027]

このようなウレタンアクリレートオリゴマーにおける各構成成分の配合比率も 、オリゴマーの分子量も、光ディスクに要求される上述の諸特性を満たす限りは



#### [0028]

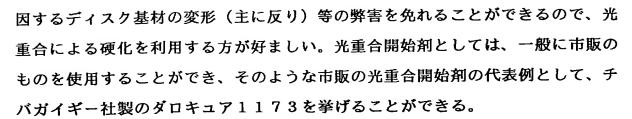
本発明の接着剤組成物では、主成分のポリテトラメチレングリコール骨格を持つウレタンアクリレートのほかに、反応性希釈剤として働く、分子内にヒドロキシル基を持つアクリルエステルを使用する。好適なアクリルエステルの例として、ヒドロキシエチルアクリレート、2ーヒドロキシプロピルアクリレート、4ーヒドロキシブチルアクリレート、2ーヒドロキシー3ーフェノキシプロピルアクリレート等を挙げることができる。より好ましいアクリルエステルは、ヒドロキシエチルアクリレート、2ーヒドロキシプロピルアクリレート、4ーヒドロキシブチルアクリレートであり、これらが好ましいのは、他のものに比べて、本発明の接着剤組成物を調製する際の混合時の組成の均一性が良好であるため、及び組成物の粘度調整が容易に行えるためである。

#### [0029]

本発明の接着剤組成物において、主成分のポリテトラメチレングリコール骨格を持つウレタンアクリレートは、当該ウレタンアクリレートと分子内にヒドロキシル基を持つアクリルエステルとの合計重量を基準として40重量%以上を構成することが必要である。40重量%に満たない場合、80℃、90%相対湿度での耐久性試験に500時間以上耐えることができない。一方、ポリテトラメチレングリコール骨格の持つウレタンアクリレートが、当該ウレタンアクリレートと分子内にヒドロキシル基を持つアクリルエステルとの合計重量を基準として90重量%を超えて存在する場合には、粘度が高くなりすぎて塗布が困難となり、金属膜への密着性も悪くなって、好ましくない。ポリテトラメチレングリコール骨格を持つウレタンアクリレートのより好ましい量は、当該ウレタンアクリレートと分子内にヒドロキシル基を持つアクリルエステルとの合計重量を基準として50~80重量%である。

#### [0030]

本発明の接着剤組成物は、光重合開始剤を使用して光重合により、又は熱重合 開始剤を使用して熱重合により、硬化させて光ディスクの接着剤層を形成するこ とができる。光重合による硬化では、熱重合と違って硬化過程における加熱に起



#### [0031]

本発明の接着剤組成物は、第2世代アクリル系接着剤SGAとして用いる態様を考えることもでき、この場合には、有機過酸化物と硬化促進剤を使用する。SGAにおいては、(1)のウレタンアクリレートと(2)のアクリルエステルの混合物を二つに分けて、その一方に有機過酸化物を加えたもの(ここでは「A液」とする)と、他方に硬化促進剤を加えたもの(「B液」とする)とし、接着剤として使用する際に両者を混合するようにする。もしくは、上記組成物の一方(例えばA液)を片方のディスク基板に塗布し、他方(例えばB液)を他方のディスク基板に塗布し、他方(例えばB液)を他方のディスク基板に塗布して、その後これらのディスク基板どうしを貼り合わせることもできる。

#### [0032]

本発明の接着剤組成物は更に、必要に応じて、増粘剤、可塑剤、分散剤、難燃剤、フィラー、着色剤、酸化防止剤、熱老化防止剤、紫外線吸収剤、シランカップリング剤等の、接着剤組成物において一般に使用される各種添加剤を含有することもできる。

#### [0033]

本発明の接着剤組成物は、必須成分であるポリテトラメチレングリコールを骨格として有するウレタンアクリレート、分子内にヒドロキシル基を持つアクリル酸エステル、及び光重合開始剤、そして必要に応じその他の任意成分を、通常の混合手段を利用して均一に混合することで、容易に調製することができる。

#### [0034]

光ディスク基板への接着剤組成物の塗布は、スピンコート法によるのが好適である。スピンコートするためには、塗布液の粘度を500~1000mPa・s程度、好ましくは1000~5000mPa・s程度とするように調整するのが好適である。ポリテトラメチレングリコール骨格を有するウレタンアクリレー

ト(1)として、上述の日本合成化学社より入手可能なUV-6100Bあるいはこれと同等のものを使用する場合、分子内にヒドロキシル基を持つアクリルエステル(2)として、ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート、又はそれらの混合物を使用することで、この適当な範囲の粘度をより容易に得ることができる。接着剤組成物の塗布方法は、スピンコート法に限定されるものではなく、このほかの方法を利用しても差し支えない。

#### [0035]

接着剤組成物により形成する硬化した接着剤層の厚さは、1~100μmとするのが適当である。例えば、DVD9については、DVDブックに定められた規格により接着剤層の厚さは55±15μmと規定されている。

#### [0036]

接着剤組成物を塗布後のディスク基材の貼り合わせは、真空脱泡下で行うのが 好ましい。これは、塗布した接着剤組成物から短時間でガス抜きをすることがで き、製品光ディスクの基材間の気泡残りを防止するのに有効なためである。

#### [0037]

本発明の光ディスクは、接着剤で貼り合わせたディスク基板と少なくとも一つの反射金属膜とを含む。図1に模式的に示したように、その一番簡単な態様において、本発明の光ディスク10は、透明プラスチック材料の2枚のディスク基板11、11'と、一方のディスク基板11の信号記録面11Rに形成された例えばアルミニウムのような金属製の反射金属膜12を含み、そしてディスク基板11、11'を、反射金属膜12を内側に配置し、本発明の接着剤組成物から形成した接着剤層13を介して貼り合わせた構造を有する。反射金属膜12と接する基板11の表面(信号記録面11R)には、記録するディジタル信号に対応して形成された微小なピット(図示せず)が存在し、図中の矢印Aの方向から照射した読み取り用のレーザー光の反射金属膜12からの反射光の有無を対物レンズ(図示せず)で検出することにより、記録されたディジタル信号に対応したピットの有無を読み取ることができる。この態様の光ディスクは、先に説明した片面から1層のみを読み取るものに相当する。



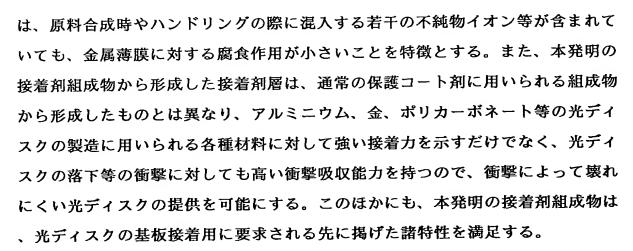
図1に示した態様において、基板11'にも基板11に設けたのと同様のピットと反射金属層を設け、図中のAで示したのと反対方向からレーザー光を基板11'に照射するようにすれば、先に説明した両面からそれぞれ1層ずつ読み取る光ディスクとなることが容易に理解されよう。

#### [0039]

図2に、光ディスクのもう一つの態様を示す。この態様の光ディスク20は、 2枚のディスク基板 2 1 、 2 1 'と、一方のディスク基板 2 1 上に設けた金など で作られた半透明膜22と、もう一方のディスク基板21'上に設けたアルミニ ウム製の反射金属膜24を含み、そして両方のディスク基板21と21'を、半 透明膜22と反射金属膜24をそれぞれ内側に配置し、本発明の接着剤組成物か ら形成した接着剤層25を介して貼り合わせたものである。この態様では、記録 するディジタル信号に対応するピット(図示せず)は基板21の半透明膜22と 接触する信号記録面21Rと、接着剤層25の反射金属膜24と接する表面(信 号記録面25R)とに形成されている。記録した信号を読み取る光ヘッドの対物 レンズ(図示せず)をフォーカス方向(図中のAで示されたレーザー光の放射方 向) に移動することにより、半透明膜22からの反射光を検出することで(信号 記録面21R)に記録された信号を読み取ることができ、半透明膜22を透過し て反射金属膜24からの反射光を検出することで(信号記録面25R)に記録さ れた信号を読み取ることができる。このように、この態様においては、光ディス ク20に形成した二つの記録層の信号を片側から読み出すことができ、すなわち この態様の光ディスクは、先に説明した片面から2層を読み取るものに相当する

#### [0040]

本発明の光ディスクは、80℃、90%相対湿度といったような高温高湿条件下での耐久性試験で評価した場合に、金属層(特にアルミニウム層)の腐食が小さい。ディスク基板の貼り合わせに用いる接着剤がその原料等に由来する微量の不純物イオン等を含む場合、それらがアルミニウムなどの金属薄膜を腐食する原因となるため、金属反射膜上に保護コートが必要になる。本発明の接着剤組成物



#### [0041]

#### 【実施例】

次に、実施例により本発明を更に説明するが、言うまでもなく本発明はこれら の実施例に限定されるものではない。

#### [0042]

これらの例では、次に掲げるアクリレート系オリゴマー、アクリレートモノマ -、及び光重合開始剤を使用した。

#### [0043]

・オリゴマー

オリゴマーA: ポリテトラメチレングリコール系ウレタンアクリレート(日本合成化学社製UV-6100B)

オリゴマーB: ポリエステル系ウレタンアクリレート (日本合成化学社製UV-3000B)

オリゴマーC: ポリカプロラクトン系ウレタンアクリレート (日本化薬社製 UX-4101)

オリゴマーD: プロピレンオキサイド変性ビスフェノールAジアクリレート (共栄社化学社製ライトアクリレートBP-4PA)

オリゴマーE: ポリカーボネート系ウレタンアクリレート (根上工学社製UN-9200A)

#### [0044]

・モノマー

HPA: 2-ヒドロキシプロピルアクリレート(共栄社化学社製ライトエステルHOP-A)

PEA: フェノキシエチルアクリレート (大阪有機化学社製ビスコート#192)

HBA: 4-ヒドロキシブチルアクリレート (三菱化学社製4-ヒドロキシブチルアクリレート)

HPPA: 2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレート(共栄社化学社製エポキシエステルM-600A)

IBA: イソボルニルアクリレート(共栄社化学社製ライトアクリレート IB-XA)

[0045]

・光重合開始剤

D1173: チバガイギー社製ダロキュア1173

[0046]

表1及び表2に示した組成で配合した実施例1~6及び比較例1~9の各接着 剤 (例えば、表1に示した実施例1の組成において「オリゴマーA/HPA/D 1173=80/20/1」とは、オリゴマーAとHPAとD1173とを80:20:1の重量比で配合したことを意味する)を、DVD9のハーフディスク (ポリカーボネートの基板にアルミニウムをスパッタした不透明のものと、ポリカーボネートの基板に金をスパッタした半透明のもの)のそれぞれのスパッタ膜側にスピンコートし、住友スリーエム社製DVDボンディング装置DLB-9900によって貼り合わせ、金薄膜を設けたハーフディスク側より高圧水銀紫外線ランプにより紫外線を照射(360nmでの紫外線照度約30mW/cm²、20秒)して、接着剤を硬化させた。

[0047]

こうして得られた光ディスクサンプルを、半日以上室温放置した後、80℃、90%相対湿度のオーブンに入れ、100時間、250時間、500時間経過後に取り出して外観を観察し、サンプルの耐久性を評価した。評価は、目で見てアルミニウム膜に特に変化の見られなかったものは○、アルミニウム膜が少々荒れ

たようになったものは $\Delta$ 、アルミニウム膜の劣化が激しく透けてしまったりした ものは $\times$ とした。評価結果を表1及び表2に示す。

. [0048]

【表1】

表 1

実施例	組 成	100時間 後の外観	250時間 後の外観	500時間 後の外観
1	オリゴマーA/HPA/D1173=80/20/1	0	0	0
2	オリゴマーA/HPA/D1173=60/40/1	0	0	0
3	オリゴマーA/HPA/D1173=40/60/1	0	0	0
4	オリゴマーA/HPA/PEA/D1173=60/20/20/1	0	0	0
5	オリゴマーA/HBA/D1173=50/50/1	0	0	0
6	オリゴマーA/HPPA/D1173=50/50/1	0	0	0

[0049]

【表2】

表 2

比較例	組成	100時間 後の外観	250時間 後の外観	500時間 後の外観
1	オリゴマーA/HPA/D1173=30/70/1	0	0	Δ
2	オリゴマーA/PEA/D1173=50/50/1	Δ	Δ	Δ
3	オリゴマーA/IBA/D1173=50/50/1	Δ	Δ	×
4	オリゴマーB/HPA/D1173=50/50/1	0	Δ	×
5	オリゴマーC/HPA/D1173=60/40/1	×	×	×
6	オリゴマーD/HPA/D1173=60/40/1	Δ	×	×
7	オリゴマーE/IBA/D1173=60/40/1	Δ	Δ	×
8	HPA/D1173=100/1	×	×	×
9	市販のDVD用紫外線硬化型接着剤	0	Δ	×
10	市販DVD9ディスク	0	Δ	×

#### [0050]

これらの表より、オリゴマーAのポリテトラメチレングリコール系ウレタンアクリレートと、ヒドロキシ基を持つアクリルモノマー(HPA、HBA、HPPA)とを含み、オリゴマーAの含有量がこのオリゴマーとアクリルモノマーとの合計重量の40%以上を占める、実施例 $1\sim6$ の接着剤組成物で基板を接着したディスクでは、80%、90%相対湿度での500時間の加速耐久性試験後も、アルミニウム膜に眼にみえる変化は認められなかったことが分かる。

#### [0051]

これに対し、オリゴマーAとアクリルモノマーHPAを含み、オリゴマーAの含有量がこのオリゴマーとアクリルモノマーとの合計含有量の40%に満たない比較例1の接着剤組成物を用いたディスクでは、500時間の試験後にアルミニウム膜に若干の荒れが認められた。また、比較例2、3のように、ポリテトラメチレングリコール系ウレタンアクリレート(オリゴマーA)を含むがヒドロキシ

基を持つアクリルモノマーを含まないもの、比較例4、5、6、8のようにヒドロキシ基を持つアクリルモノマーを含むがポリエーテル系ウレタンアクリレート(オリゴマーA)を含まないもの、及び比較例7のようにポリエーテル系ウレタンアクリレート(オリゴマーA)もヒドロキシ基を持つアクリルモノマーも含まない接着剤組成物を使って作られたディスクでは、80℃、90%相対湿度の加速試験で、250時間もしくはそれ以前にアルミニウム膜の腐食が観察された。更に、市販の代表的な光ディスク基板接着剤の一つを使って作製した比較例9のディスクも、市販のDVD9製品である比較例10のディスクも、同じ加速耐久性試験で250時間後の目視検査で、アルミニウム膜の一部に腐食が認められた

#### [0052]

#### 【発明の効果】

以上のように、本発明によれば、光ディスク基板を直接接着することができ、80℃、90%相対湿度という高温高湿条件下での500時間に及ぶ製品光ディスクの耐久性試験において金属膜、特にアルミニウム膜の腐食を抑制することができる接着剤組成物の利用が可能となる。この接着剤組成物を使用することにより、高温高湿下で金属膜の腐食の抑制された光ディスクを提供することが可能となる。

本発明は、DVD等の光ディスクに限らず、光磁気 (MO) ディスク等に応用することも可能である。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明の一つの態様による光ディスクを説明する図である。

#### 【図2】

本発明のもう一つの態様による光ディスクを説明する図である。

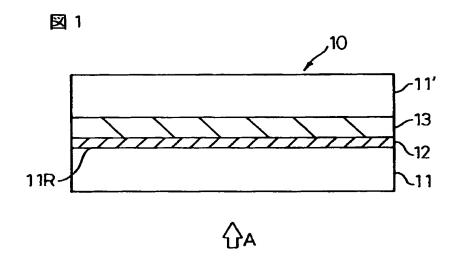
#### 【符号の説明】

- 10、20…光ディスク
- 11、11'、21、21'…ディスク基板
- 12、24…反射金属膜

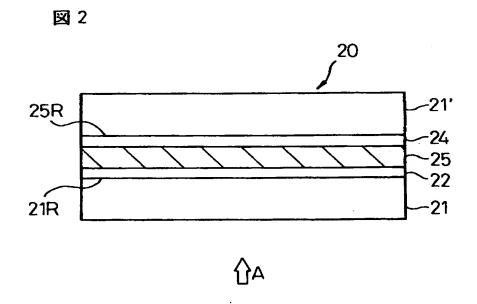
- 13、25…接着剤層
- 22…半透明膜

【書類名】 図面

## 【図1】



## 【図2】



【書類名】 要約書

#### 【要約】

【課題】 光ディスク基板の直接の接着に有用であり、製品光ディスクの高温高 湿条件下での耐久性試験において金属膜、特にアルミニウム膜の腐食を抑制可能 な接着剤組成物を提供し、併せて高温高湿下での金属膜の腐食の抑制された光デ ィスクを提供する。

【解決手段】 (1) ポリテトラメチレングリコールを骨格として有するウレタンアクリレート、(2) 分子内にヒドロキシル基を持つアクリル酸エステル、及び(3) 光重合開始剤を含む接着剤組成物であって、上記ウレタンアクリレート(1) と上記アクリル酸エステル(2) の合計の重量を基準として上記ウレタンアクリレート(1) を40重量%以上含む接着剤組成物とする。

【選択図】 なし

#### 出願人履歴情報

識別番号

[599056437]

1. 変更年月日 1999年 4月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 アメリカ合衆国、ミネソタ 55144-1000、セント

ポール, スリーエム センター

氏 名 スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー

# THIS PAGE BLANK (USPTO)